

液中 PLA 法による鉄ナノ微粒子の生成 Build of Iron Nano-particle with Pulsed Laser Ablation in Liquid

海谷 柊¹, 鈴木 祐紀¹, 胡桃 聡², 松田 健一², 鈴木 薫^{2, 3}Shu Kaiya¹, Yuki Suzuki¹, Satoshi Kurumi², Ken-ichi Matsuda², Kaoru Suzuki^{2, 3}

Abstract: We have attempted to produce Fe nano particles to apply it to a resource recovery technique by a pulsed laser ablation in liquid. Laser ablation sources were utilized 355 and 532 nm Nd: YAG laser. Transmittance spectra of liquids including produced materials shows that absorption due to Fe particles was shifted to short wavelength region.

1. 研究背景

小型電子・電気機器はトランジスタやコンデンサなどの素子を実装した回路基板を含んでいる。これらの素子や回路基板には様々な金属が含まれているが、使用后回収されず廃棄されてしまうものも少なくない。そのため、近年ではエネルギー負荷の少ない方法での資源回収技術が注目されている。現在の資源回収技術としては、溶鉱炉を用いて基板樹脂を焼却し、溶け落ちた金属を回収する燃焼法が一般的である。しかし、この方式ではリサイクル時のコスト、排ガスによる環境面での欠点が挙げられる。そこで、本研究では目標となる金属の資源回収技術として、液中パルスレーザーアブレーション (Pulsed Laser Ablation: PLA) 法に注目した。液中の金属に対して集光したレーザーを連続照射することで、ターゲットから放出されるアブレーションプラズマを液体中で発生させ、周囲の溶媒分子で急激に冷却し微粒生成を行なう液中 PLA 法を利用し、液中に対流させた金属微粒子の回収を目的とする。アブレーションを引き起こすレーザー光源にはナノ秒パルスレーザーを使用し、波長、溶媒による生成微粒子の差異を観察し検討する。

2. 実験方法

2-1. 微粒生成

Fig. 1 に液中 PLA 法の実験装置概略図を示す。石英セル内にターゲット Fe を 10 mm 四方に切り出したものを設置し、溶媒を 10 cm³ 満たす。溶媒はエタノール、純水を使用した。この溶媒に集光したパルスレーザーを連続照射することで微粒子を生成する。アブレーション光源には繰り返し周波数: 10 Hz に設定した Nd:YAG レーザ (LOTIS TII, LS-2147, 波長: 355 nm, 532 nm) を用い、30 min 照射した。

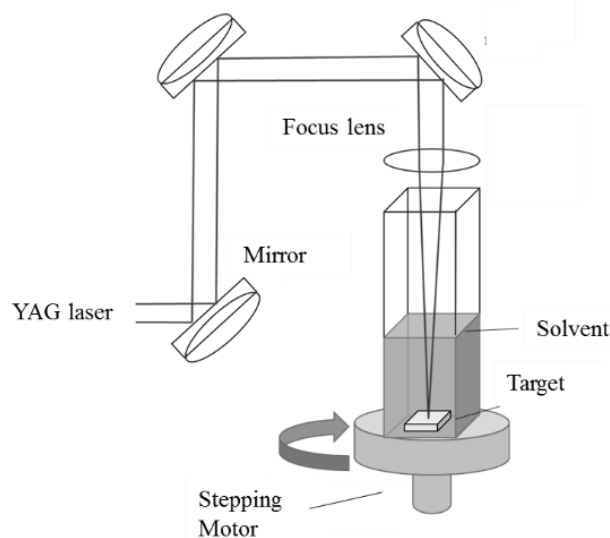


Figure 1. Schematic drawing of the experiment apparatus

2-2. 透過率測定

照射終了後、溶媒単独とアブレーション後の試料溶液を、可視光領域から赤外光領域にかけて感度補正された CCD 分光器により光を通過させることで光の透過率測定を行なった。

2-3. X線回折分析

石英基板上にアブレーション後の試料溶液を滴下し、ヒータを用いて加熱し微粒子を堆積させる。堆積後の石英基板と微粒生成で使ったターゲット Fe から、X線回折分析 (XRD) によって結晶性の評価を行なった。

3. 実験結果

3-1. 透過率測定

Fig. 2 に純水、Fig. 3 にエタノールによるアブレーション後の試料溶液から透過率測定を行なった結果を示す。Fig. 2 の場合、レーザー波長 355 nm では 650 nm から 1000 nm では透過率 100 % であるが、200 nm から 509 nm で吸収が見られる。レーザー波長 532 nm では 823 nm

から 1000 nm では透過率 100 % であるが, 311 nm から 631 nm で吸収が見られた. Fig. 3 の場合, レーザ波長 355 nm では, 200 nm から 464 nm で吸収が見られ, レーザ波長 532 nm では透過率 100 % にならず 200 nm から 568 nm にかけて吸収が見られた. したがって, 照射するレーザー波長が短いほど短波長領域にシフトすることがわかった. これはレイリー散乱の波長依存性が影響しているためと考えられる. 散乱強度の式により, 粒子数と粒子径が増大するほど吸収波長は減少するため, レーザ波長 355 nm 照射した場合のほうが粒子径が小さくなったといえる.

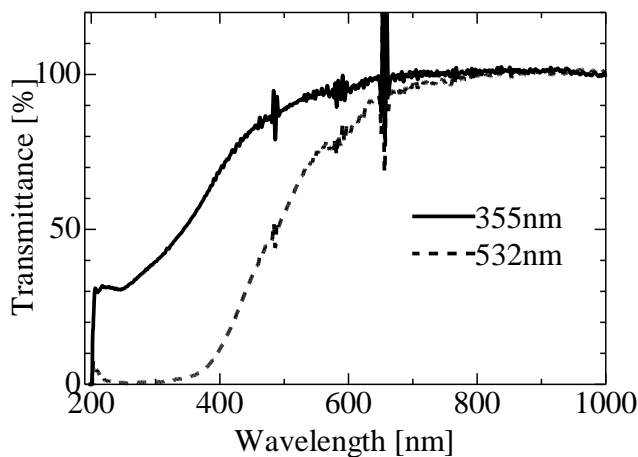


Figure2. Transmittance of Pure Water

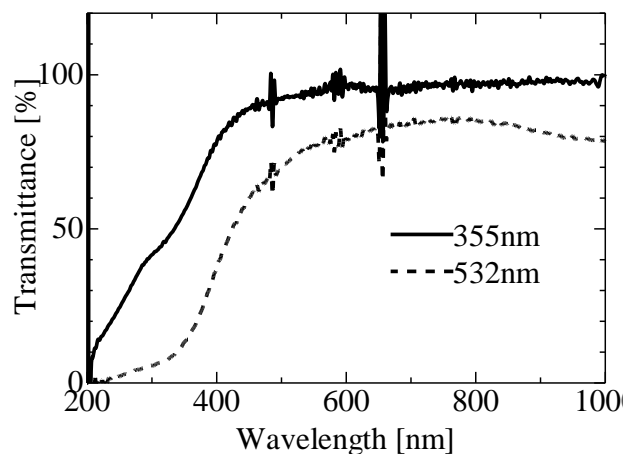


Figure3. Transmittance of Ethanol

3-2. XRD 測定結果

Fig. 4 はターゲット Fe とアブレーション後の Fe 面の XRD 測定結果である. 2つの測定結果を比較すると同様のスペクトルが得られた. 29.1° 付近では FeO (220) 面のピークが確認できる. また, Fig. 5 に微粒子を堆積した試料の XRD 測定結果を示す. 同様に 28.98° 付近に FeO (220) 面が確認できるため, これはターゲットからアブレーションされた微粒子が FeO に由来する結晶のピークだということがわかった.

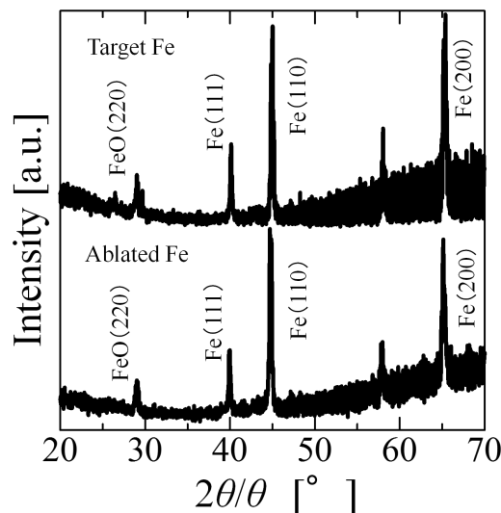


Figure4. XRD Target

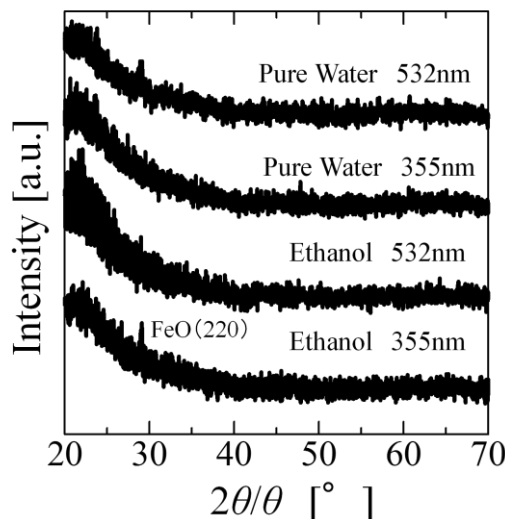


Figure5. XRD Sample

4. まとめ

本研究ではナノ秒パルス YAG レーザを用いて, 液中 PLA 法にて微粒子の生成を行なった. 試料溶液の透過率測定結果より, 可視光領域で吸収が見られ, レーザ波長が短いほど粒子径が小さくなることがわかった. また, XRD によりターゲットと堆積試料から得られたスペクトルには近いピークが確認できるため, 生成された微粒子が FeO によるものだということが示唆された.

参考文献

[1] 橋本修一「液中レーザーアブレーションによる金属ナノ粒子創製とその機構」, レーザー学会誌 レーザー研究, Vol. 45, No. 5, p. 257, 2017年5月